

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Veröffentlichungsnummer: **0 501 238 A1**

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: **92102379.2**

(51) Int. Cl.⁵: **D06P 3/54**, D06P 3/82,
C09B 29/08

(22) Anmeldetag: **13.02.92**

(30) Priorität: **28.02.91 DE 4106323**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
02.09.92 Patentblatt 92/36

(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE CH DE ES FR GB IT LI

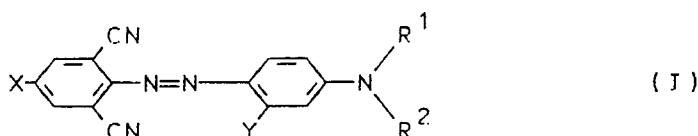
(71) Anmelder: **HOECHST MITSUBISHI KASEI CO., LTD.**
10-33, Akasaka 4-chome
Minato-ku, Tokyo(JP)

(72) Erfinder: **Bühler, Ulrich, Dr.**
Kastanienweg 8
W-8755 Alzenau(DE)

(74) Vertreter: **Urbach, Hans-Georg, Dr. et al**
CASELLA AKTIENGESELLSCHAFT
Patentabteilung Hanauer Landstrasse 526
W-6000 Frankfurt am Main 60(DE)

(54) **Verfahren zum Färben von Polyester und polyesterhaltigen Textilmaterialien.**

(57) Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum HT-Färben von Polyester oder polyesterhaltigen Textilmaterialien bei pH 8 bis pH 11, dadurch gekennzeichnet, daß man einen oder mehrere Monoazofarbstoffe der allgemeinen Formel I



einsetzt,
worin X, Y sowie R¹ und R² wie in Anspruch 1 angegeben definiert sind.

EP 0 501 238 A1

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum HT-Färben von Polyester oder polyesterhaltigen Textilmaterialien.

In der Regel werden Polyester oder polyesterhaltige Textilmaterialien mit Dispersionsfarbstoffen aus wäßrigem Färbebad bei HT-Bedingungen in einem Temperaturbereich von 120 bis 140°C bei pH-Werten von 4 bis 6 gefärbt, da bei höheren pH-Werten die Dispersionsfarbstoffe teilweise oder ganz zerstört werden. Bei höheren pH-Werten kommt es zu Farbstärkeverlusten und Farbtonabweichungen beim Färben und die Färbungen sind nicht reproduzierbar. Nun wird normalerweise die Polyesterfaser in einem separaten Schritt vor dem Färben einer alkalischen Spülbehandlung unterworfen, um Hilfsmittel, die beim Wehen oder Spinnen der Fasern eingesetzt worden sind, zu entfernen. Diese Hilfsmittel sind z.B. Ölungs- oder Schlichtemittel, die bei ihrem Vorhandensein ein egales Anfärben der Polyesterfaser erschweren oder unmöglich machen würden. Die alkalische Behandlung wird auch durchgeführt, um Oligomere der Polyesterfaser, die beim Färbvorgang aus dem Faserinnern herausgetreten sind und die Färbung unegal erscheinen lassen, zu zerstören und in der wäßrigen Färbeflotte zu halten.

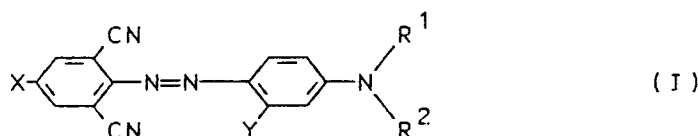
Diese alkalische Spülbehandlung wird zweckmäßigerweise bei erhöhter Temperatur durchgeführt. Um Zeit und Energie zu sparen und um die Anzahl der für beide Prozesse, alkalische Vorbehandlung und Färben, benötigten Apparate zu reduzieren, war es schon immer das Ziel, beide Prozesse zu einem Ein-Bad-Spül- und Färbeverfahren zu vereinigen. Zur Realisierung dieses Zieles müssen allerdings Verfahren entwickelt werden, die im wäßrigen Färbebad bei pH 8 bis pH 11 reproduzierbare Färbungen ergeben.

Polyester-Zellulose- bzw. Polyester-Polyamid-Mischgewebe werden mit Dispergier- bzw. Reaktivfarbstoffen aus wäßrigem Färbebad in der Regel in zwei Färbeschritten gefärbt. Wie oben erwähnt, werden dabei die Dispersionsfarbstoffe auf dem Polyesteranteil bei pH 4 bis 6 appliziert, der Reaktivfarbstoffe auf den Zellulose- bzw. Polyamid-Anteil im pH-Bereich zwischen pH 11 und 13. Auch hier war es in der Vergangenheit das Ziel, ein einbadiges Applikationsverfahren für beide Farbstoffklassen zu entwickeln. Hierfür hat man nach Reaktivfarbstoffen gesucht, die bereits bei pH-Werten zwischen 8 und 11 gefärbt werden können, und es waren auch hier Verfahren erforderlich, die sicherstellen, daß unter diesen Bedingungen der Polyesteranteil mit Dispersionsfarbstoffen reproduzierbar gefärbt werden kann.

Zur Behebung der Mängel bisheriger Verfahren wird in der DOS-39 38 631 eine Methode beschrieben, bei der Dispersionsfarbstoffe in pH-Bereich zwischen pH 8 und 10 in Gegenwart mindestens einer, gegebenenfalls am Stickstoff substituierter Aminosäure und/oder eines Alkalimetallsalzes einer gegebenenfalls am Stickstoff substituierten Aminosäure gefärbt werden.

Es wurde nun überraschenderweise gefunden, daß sich bei pH-Werten zwischen 8 und 11 auch ohne die in der DOS-39 38 631 als Färbereihilfsmittel beschriebene Aminosäuren und -derivate reproduzierbare Färbungen erzielen lassen, wenn man Farbstoffe der allgemeinen Formel I einsetzt. Dies ist überraschend, da Dispersionsfarbstoffe mit einer Cyanogruppe und insbesondere solche mit zwei Cyanogruppen im Molekül in der Regel pH-empfindlich sind, da diese Cyanogruppen unter alkalischen Bedingungen verseifen können, wobei eine Farbtonverschiebung und eine Farbstärkeabnahme eintritt.

Die Erfindung betrifft somit ein Verfahren zum HT-Färben von Polyester oder polyesterhaltigen Textilmaterialien bei pH 8 bis pH 11, dadurch gekennzeichnet, daß man einen oder mehrere Monoazofarbstoffe der allgemeinen Formel I



einsetzt,
in der

X Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen, Cyclopentyl, Cyclohexyl, Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen, Wasserstoff, Fluor, Chlor, Brom oder Trifluormethyl

Y Wasserstoff, Methyl, Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen, Chlor oder Alkylcarbonylamino mit 1 bis 5 C-Atomen in der ggf. durch Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen substituierten Alkylgruppe,

R¹ Wasserstoff, lineares oder primäres verzweigtes Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen, Allyl, Cyanethyl oder 3-Cyanopropyl,

R² lineares oder primäres verzweigtes Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen, Allyl, Cyclopentyl, Cyclohexyl oder sekundäres Alkyl mit 3 bis 6 C-Atomen bedeuten.

Alkylreste mit 1 bis 6 C-Atomen sind beispielsweise Methyl, Ethyl, n-Propyl, i-Propyl, n-Butyl, i-Butyl,

sek. Butyl, tert.-Butyl, n-Pentyl, Pentyl-2, Pentyl-3, i-Pentyl und n-Hexyl- Alkoxyreste mit 1 bis 4 C-Atomen sind z.B. Methoxy, Ethoxy, n-Propoxy, i-Propoxy, n-Butoxy, i-Butoxy und tert.-Butoxy.

Ein bevorzugtes erfindungsgemäßes Verfahren ist ein Verfahren, bei dem ein oder mehrere Monoazofarbstoffe der allgemeinen Formel I eingesetzt werden, in der X Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen, Cyclopentyl, Cyclohexyl, Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen, Wasserstoff, Fluor, Chlor, Brom oder Trifluormethyl

Y Wasserstoff, Methyl, Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen oder Chlor

R¹ lineares oder verzweigtes primäres Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen, Allyl, Cyanethyl oder 3-Cyanopropyl

R² lineares oder verzweigtes primäres Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen oder Allyl, bedeuten.

Besonders bevorzugt bedeuten dabei

X Ethyl, Methoxy, Ethoxy und insbesondere Methyl, Chlor oder Brom

Y Wasserstoff, Methyl oder Methoxy,

R¹ und R² unabhängig voneinander lineares Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen, wobei die Summe der C-Atome in R¹ und R² mindestens 3 ist und insbesondere lineares Alkyl mit 2 bis 4 C-Atomen oder Allyl.

Ein weiteres erfindungsgemäßes Verfahren ist ein Verfahren, bei dem ein oder mehrere Monoazofarbstoffe der allgemeinen Formel I eingesetzt werden, in der X Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen, Cyclopentyl, Cyclohexyl, Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen, Wasserstoff, Fluor, Chlor, Brom oder Trifluormethyl

Y Alkylcarbonylamino mit 1 bis 5 C-Atomen in der ggf. durch Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen substituierten Alkylgruppe

R¹ Wasserstoff und

R² sekundäres Alkyl mit 3 bis 6 C-Atomen, Cyclopentyl oder

Cyclohexyl oder

R¹ Cyanethyl oder 3-Cyanopropyl und

R² lineares oder verzweigtes primäres Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen oder Allyl

bedeuten.

Besonders bevorzugt bedeuten dabei

X Ethyl, Methoxy, Ethoxy und insbesondere Methyl, Chlor oder Brom,

Y Alkylcarbonylamino mit 1 bis 5 C-Atomen und insbesondere

2 bis 4 C-Atomen in der Alkylgruppe

R¹ Wasserstoff und

R² sekundäres Alkyl mit 3 bis 6 und insbesondere 4 bis 5 C-Atomen.

Bevorzugte Reste R¹ ungleich Wasserstoff sind darüberhinaus lineares Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen oder Allyl.

Die Farbstoffe der allgemeinen Formel I sind bekannt und z.B. in der DE-A 2935011, DE-A 3404130, DE-A 3405021, DE-A 2937329 und DE-A 3831356 beschrieben.

Das erfindungsgemäße HT-Verfahren wird bevorzugt im Färbeautoklaven durchgeführt.

Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren zu färbenden Polyester sind insbesondere solche auf Basis von Polyethylenglykolteterephthalaten. Polyesterhaltige Textilmaterialien sind Mischungen aus Polyester und Polyamiden und insbesondere Polyester/Cellulose-Mischgewebe.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren werden die Farbstoffe oder Farbstoffmischungen in feiner Verteilung eingesetzt. Die Feinverteilung der Farbstoffe erfolgt in an sich bekannter Weise dadurch, daß man den in der Fabrikation anfallenden Farbstoff zusammen mit Dispergiermitteln in einem flüssigen Medium, vorzugsweise in Wasser, aufschlämmt und die Mischung der Einwirkung von Scherkräften aussetzt, wobei die ursprünglich vorhandenen Farbstoffteilchen mechanisch so weit zerkleinert werden, daß eine optimale spezifische Oberfläche erreicht wird und die Sedimentation des Farbstoffs möglichst gering ist. Die Teilchengrößen der Farbstoffe liegt im allgemeinen zwischen 0,5 und 5 µm, vorzugsweise bei etwa 1 µm.

Die bei dem Mahlvorgang mitverwendeten Dispergiermittel können nichtionogen oder anionaktiv sein. Nichtionogene Dispergiermittel sind z.B. Umsetzungsprodukte von Alkylenoxiden, wie z.B. Ethylen- oder Propylenoxid mit alkylierbaren Verbindungen, wie z.B. Fettalkoholen, Fettaminen, Fettsäuren, Phenolen, Alkylphenolen und Carbonsäureamiden. Anionaktive Dispergiermittel sind beispielsweise Ligninsulfonate, Alkyl- oder Alkylarylsulfonate oder Alkyl-aryl-polyglykolethersulfonate.

Die so erhaltenen Farbstoffzubereitungen sollen für die meisten Anwendungsweisen gießbar sein. Der Farbstoff- und Dispergiermittelgehalt ist daher in diesen Fällen limitiert. Im allgemeinen werden die Dispersionen auf einen Farbstoffgehalt bis zu 50 Gew.% und einen Dispergiermittelgehalt bis zu etwa 25% eingestellt. Aus ökonomischen Gründen werden Farbstoffgehalte von 15 Gew.% meist nicht unterschritten.

Die Dispersionen können noch weitere Hilfsmittel enthalten, z.B. solche, die als Oxidationsmittel wirken, wie z.B. Natrium-m-nitrobenzolsulfonat oder fungicide Mittel, wie z.B. Natrium-o-phenyl-phenolat und Natriumpentachlorphenolat.

Für gewisse Anwendungsbereiche werden Pulvereinstellungen bevorzugt. Diese Pulver enthalten den Farbstoff oder das Farbstoffgemisch, Dispergiermittel und andere Hilfsmittel, wie z.B. Netz-, Oxydations-, Konservierungs- und Entstaubungsmittel.

Ein bevorzugtes Herstellungsverfahren für pulverförmige Farbstoffzubereitungen besteht darin, daß den oben beschriebenen flüssigen Farbstoffdispersionen die Flüssigkeit entzogen wird, z.B. durch Vakuumtrocknung, Gefriertrocknung, durch Trocknung auf Walzentrocknern, vorzugsweise aber auch durch Sprühtrocknung.

Zur Herstellung der Färbeflotten werden die erforderlichen Mengen der Farbstoffeinstellungen, die gemäß den obigen Angaben hergestellt wurden, mit dem Färbemedium, vorzugsweise mit Wasser, so weit verdünnt, daß sieh für die Färbung ein Flottenverhältnis von 1:5 bis 1:50 ergibt. Zusätzlich werden den Flotten im allgemeinen weitere Färbereihilfsmittel, wie Dispergier-, Netz- und Fixierhilfsmittel zugesetzt.

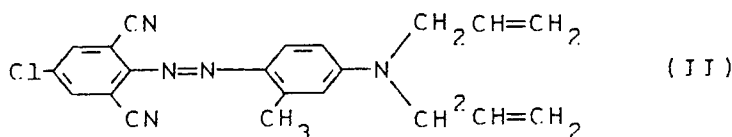
Der erforderliche pH-Wert der Färbeflotte wird vor bzw. auch während des Färbens durch Zugabe von Basen wie Alkalihydroxiden, z.B. wäßriger Natronlauge, Alkalihydrogencarbonaten, z.B. Natriumhydrogencarbonat oder Alkalicarbonaten z.B. Soda, eingestellt. Ein bevorzugter pH-Wert ist pH 9 bis 10.

Um pH-Schwankungen zu minimieren, werden vorzugsweise Puffersubstanzen zugesetzt, wie sie z.B. in JSDC, 77 (1979) S. 47 oder JSDC 79 (1981), S. 115 beschrieben sind. Besonders geeignete Puffersubstanzen sind solche, die im pH-Bereich zwischen 9 und 11 die größte Pufferwirkung besitzen. Geeignete Puffersysteme sind z.B. Essigsäure/ Natriumpyrophosphat, Borsäure/Borax, Natriumdihydrogenphosphat/Dinatriumhydrogenphosphat, Phosphorsäure/Bernsteinsäure/Borsäure oder Kombinationen organischer Phosphorverbindungen mit Polycarbonsäuren. Die Einsatzmengen an Puffersystem liegen vorzugsweise zwischen 0,5 und 10 g/l.

An den nachfolgenden Beispielen soll der Erfindungsgedanke näher erläutert werden.

Beispiel 1

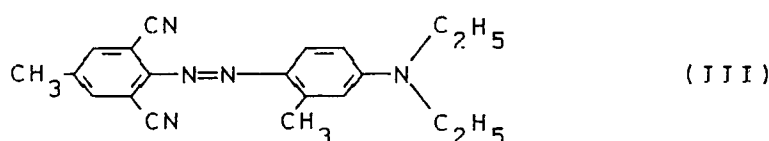
1,5 g einer 20%igen Pulverpräparation des Farbstoffs der Formel II



werden in einem Färbeautoklaven in einer Färbeflotte bestehend aus 2 l Wasser, 2 g eines Färbereihilfsmittels auf Basis Formaldehydkondensationsprodukt und 5 g einer Puffersubstanz, die eine Mischung aus einer organischen Phosphorverbindung und einer Polycarbonsäure darstellt, 45 Min. bei 130°C auf 100 g eines Gewebes aus Polyethylenterephthalat gefärbt, nachdem vorher der pH-Wert der Färbeflotte mit wäßriger Natronlauge auf 9,5 gestellt wurde. Danach wird die Färbung gespült, reduktiv gereinigt, sowie gespült und getrocknet. Man erhält so eine blautichig rote Färbung mit klarem Farbton. Die Färbung wird wiederholt, wobei als Puffersubstanz jetzt 4 g Natriumacetat zugesetzt und der pH-Wert der Färbeflotte mit Essigsäure auf 4,5 eingestellt wird. Die resultierende Färbung dient bei einem farbmtrischen Vergleich mit der pH 9,5-Färbung als Bezug. Die farbmtrischen Werte der pH 9,5-Färbung sind demgegenüber: Farbstärke: 99,9%, ΔH -0,05, ΔC -0,81, d.h. beide Färbungen sind praktisch farbtongleich, der Farbstoff hat sich bei pH 9,5 praktisch nicht zersetzt.

Beispiel 2

Ersetzt man den Farbstoff der Formel II in Beispiel 1 durch 4 g einer 10%igen Flüssigpräparation des Farbstoffs der Formel III



puffert die Färbeflotte mit einer Mischung aus 3,6 ml Phosphorsäure, 4 g Bernsteinsäure und 4 g Borsäure und stellt den pH-Wert der Färbeflotte auf 9, so erhält man ebenfalls eine klare blautichig rote Färbung.

Zum Vergleich zu einer bei pH 4,5 durchgeführten Färbung hat sie folgende farbmtrischen Werte:

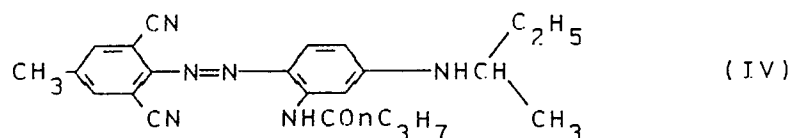
Färbestärke: 101,5%, ΔH : -0,15, ΔC : 0,26.

Auch hier hat sich bei erhöhtem pH-Wert der Farbstoff praktisch nicht zersetzt.

5 Beispiel 3

Ersetzt man den Farbstoff der Formel II in Beispiel 1 durch 3g einer 10%igen Flüssigpräparation des Farbstoffs der Formel IV

10



15

und färbt bei pH 10, so sorgt die resultierende klare, blaustichig rote Färbung im Vergleich zu der bei pH 4,5 erhaltenen, die folgenden farbmtrischen Werte:

Farbstärke: 101,9%, ΔH : 0,47, ΔC : -0,06 und ist somit ebenfalls farbtongleich.

10 In den nachfolgenden Tabellen sind weitere Farbstoffe aufgeführt, die nach den erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzt werden können.

In den Tabellen wurden folgende Abkürzungen verwendet:

25

gelbstichig rot:	1	rot:	2
blaustichig rot:	3	rot violett:	4
violett:	5	scharlach:	6

30

35

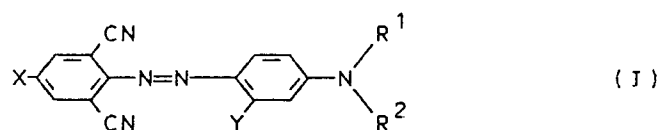
40

45

50

55

Tabelle 1



10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

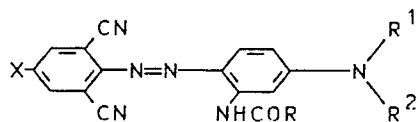
X	Y	R ¹	R ²	Farbton auf Polyester
CH ₃	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	2
CH ₃	H	C ₂ H ₅	CH ₂ CH=CH ₂	2
CH ₃	H	CH ₃	nC ₄ H ₉	2
CH ₃	H	C ₂ H ₅	CH ₂ CH(CH ₃) ₂	2
CH ₃	CH ₃	nC ₃ H ₇	nC ₃ H ₇	2
CH ₃	CH ₃	H	CH(C ₂ H ₅)CH ₃	1
CH ₃	CH ₃	CH ₂ CH=CH ₂	CH ₂ CH=CH ₃	
CH ₃	OCH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	2
CH ₃	OnC ₃ H ₇	nC ₃ H ₇	nC ₃ H ₇	2
CH ₃	Cl	nC ₃ H ₇	CH ₂ CH=CH ₂	1
C ₂ H ₅	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	2
C ₂ H ₅	H	CH ₃	nC ₆ H ₁₃	2
C ₂ H ₅	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	2
nC ₃ H ₇	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	2
iC ₃ H ₇	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	2
CycloC ₆ H ₁₁	H	CH ₂ CH=CH ₂	CH ₂ CH=CH ₂	2
OCH ₃	H	nC ₄ H ₉	nC ₄ H ₉	2
OCH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	nC ₃ H ₇	2
OCH ₃	OCH ₃	CH ₃	nC ₅ H ₁₁	2
OC ₂ H ₅	CH ₃	H	CH(C ₂ H ₅) ₂	1
F	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	2
F	CH ₃	C ₂ H ₅	CH ₂ CH=CH ₂	2
F	H	C ₂ H ₅	nC ₄ H ₉	2
F	OCH ₃	CH ₂ CH=CH ₂	CH ₂ CH=CH ₂	2
Cl	H	CH ₂ CH=CH ₂	CH ₂ CH=CH ₂	2

EP 0 501 238 A1

	X	Y	R ¹	R ²	Farbton auf Polyester
5	Cl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ CH=CH ₂	2
	Cl	H	CH ₃	CH ₂ CH(C ₂ H ₅) ₂	2
	Cl	H	nC ₄ H ₉	nC ₄ H ₉	2
10	Cl	H	nC ₆ H ₁₃	nC ₆ H ₁₃	2
	Cl	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	3
	Cl	CH ₃	C ₂ H ₅	CH ₂ CH=CH ₂	3
	Cl	CH ₃	nC ₃ H ₇	nC ₃ H ₇	3
15	Cl	OCH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	2
	Cl	OnC ₄ H ₉	CH ₃	nC ₄ H ₉	2
	Br	H	CH ₂ CH=CH ₂	CH ₂ CH=CH ₂	2
20	Br	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	2
	Br	H	nC ₃ H ₇	nC ₃ H ₇	2
	Br	H	C ₂ H ₅	nC ₄ H ₉	2
	Br	CH ₃	CH ₂ CH=CH ₂	CH ₂ CH=CH ₂	3
25	Br	CH ₃	CH ₂ CH=CH ₂	nC ₃ H ₇	3
	Br	CH ₃	CH ₃	nC ₃ H ₇	3
	Br	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	3
	Br	OCH ₃	CH ₃	CH ₃	2
30	Br	OCH ₃	CH ₂ CH=CH ₂	CH ₂ CH=CH ₂	2
	Br	Cl	nC ₃ H ₇	nC ₃ H ₇	2
	CF ₃	CH ₃	nC ₄ H ₉	nC ₄ H ₉	2
35	Cl	CH ₃	H	CH(C ₂ H ₅) ₂	2
	Br	H	H	CycloC ₅ H ₉	2
	CH ₃	CH ₃	(CH ₂) ₂ CN	C ₂ H ₅	1
	CH ₃	CH ₃	(CH ₂) ₂ CN	CH ₂ CH=CH ₂	1
40	CH ₃	CH ₃	(CH ₂) ₃ CN	C ₂ H ₅	1
	CH ₃	CH ₃	(CH ₂) ₂ CN	nC ₄ H ₉	1
	C ₂ H ₅	CH ₃	(CH ₂) ₂ CN	nC ₃ H ₇	1
	CH ₃	H	(CH ₂) ₂ CN	nC ₄ H ₉	6
45					
50					
55					

	X	Y	R ¹	R ²	Farbton auf Polyester
5	F	CH ₃	(CH ₂) ₂ CN	CH ₂ CH(CH ₃) ₂	1
	Cl	CH ₃	(CH ₂) ₃ CN	CH ₂ CH=CH ₂	2
	Cl	CH ₃	(CH ₂) ₂ CN	nC ₆ H ₁₃	2
10	Cl	CH ₃	(CH ₂) ₃ CN	nC ₃ H ₇	2
	Br	CH ₃	(CH ₂) ₃ CN	CH ₃	2
	Cl	H	(CH ₂) ₂ CN	nC ₄ H ₉	1
	Cl	H	(CH ₂) ₂ CN	iC ₃ H ₇	1
15	Br	H	(CH ₂) ₃ CN	nC ₄ H ₉	1
	OCH ₃	CH ₃	(CH ₂) ₂ CN	C ₂ H ₅	1
	Cl	OCH ₃	(CH ₂) ₂ CN	CH ₂ CH=CH ₂	1
	Br	OCH ₃	(CH ₂) ₂ CN	nC ₃ H ₇	1
20	CH ₃	Cl	(CH ₂) ₃ CN	C ₂ H ₅	6
	Cl	Cl	(CH ₂) ₂ CN	nC ₄ H ₉	6
25					
30					
35					
40					
45					
50					
55					

Tabelle 2



X	R	R ¹	R ²	Farbton auf Polyester
CH ₃	C ₂ H ₅	H	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	3
CH ₃	iC ₃ H ₇	H	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	3
CH ₃	C ₂ H ₅	H	CH(CH ₃) ₂	3
CH ₃	iC ₃ H ₇	H	CH(C ₂ H ₅) ₂	3
CH ₃	C ₂ H ₅	H	CH ₂ CH(CH ₃) ₂	3
CH ₃	nC ₃ H ₇	H	CycloC ₆ H ₁₁	3
CH ₃	nC ₄ H ₉	H	CH(C ₂ H ₅) ₂	3
C ₂ H ₅	CH ₃	H	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	3
C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	H	CH(CH ₃) ₂	3
C ₂ H ₅	nC ₃ H ₇	H	CH(C ₂ H ₅)nC ₃ H ₇	3
C ₂ H ₅	nC ₃ H ₇	H	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	3
nC ₃ H ₇	C ₂ H ₅	H	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	3
iC ₃ H ₇	iC ₃ H ₇	H	CH(C ₂ H ₅) ₂	3
CycloC ₆ H ₁₁	CH ₃	H	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	3
CH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	4
CH ₃	nC ₃ H ₇	CH ₃	(CH ₂) ₂ CH(CH ₃)	4
OCH ₃	C ₂ H ₅	H	CH(C ₂ H ₅)	3
OCH ₃	nC ₃ H ₇	H	CH(CH ₃) ₂	3
OCH ₃	iC ₃ H ₇	H	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	3
OC ₂ H ₅	C ₂ H ₅	H	CH ₂ CH(C ₂ H ₅) ₂	3
H	nC ₃ H ₇	H	CH(C ₂ H ₅) ₂	3
F	iC ₃ H ₇	H	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	3

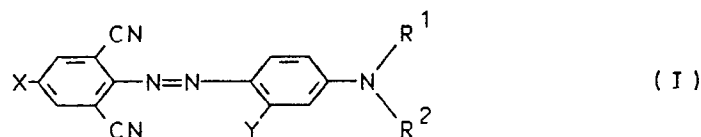
EP 0 501 238 A1

	X	Y	R ¹	R ²	Farbton auf Polyester
5	F	nC ₃ H ₇	H	CH(C ₂ H ₅) ₂	3
	Cl	nC ₃ H ₇	H	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	4
	Cl	C ₂ H ₅	H	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	4
10	Cl	CH ₃	H	CH(C ₂ H ₅) ₂	4
	Cl	iC ₃ H ₇	H	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	4
	Cl	nC ₃ H ₇	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	5
	Cl	nC ₅ H ₁₁	H	CH ₂ CH(CH ₃) ₂	4
15	Br	C ₂ H ₅	H	CH(C ₂ H ₅) ₂	4
	Br	nC ₃ H ₇	H	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	4
	Br	nC ₃ H ₇	H	CH(C ₂ H ₅) ₂	4
	Br	iC ₃ H ₇	H	CycloC ₆ H ₁₁	4
20	Br	nC ₄ H ₉	H	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	4
	Br	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₂ CH(C ₂ H ₅) ₂	4
	Br	iC ₄ H ₉	H	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	4
	Cl	iC ₅ H ₉	H	CH ₂ (CH ₃) ₂	4
25	CH ₃	nC ₄ H ₉	H	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	3
	CH ₃	CH ₂ OC ₂ H ₅	H	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	3
	CH ₃	CH ₂ OC ₂ H ₅	H	CH(C ₂ H ₅) ₂	3
	CH ₃	CH ₂ OnC ₄ H ₉	H	CH(CH ₃) ₂	3
30	Cl	CH ₂ OnC ₃ H ₇	H	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	4
	Br	CH ₂ OCH ₃	H	CH(C ₂ H ₅) ₂	4
	CH ₃	(CH ₂) ₂ OCH ₃	H	CH(C ₂ H ₅)nC ₃ H ₇	3
35	CH ₃	(CH ₂) ₂ OiC ₃ H ₇	H	CH(CH ₃) ₂	3
	Cl	(CH ₂) ₂ OC ₂ H ₅	H	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	4
	Br	(CH ₂) ₂ OnC ₃ H ₇	H	CH(C ₂ H ₅) ₂	4
	CH ₃	C ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ CN	CH ₂ CH=CH ₂	2
40	CH ₃	nC ₃ H ₇	(CH ₂) ₂ CN	CH ₂ CH=CH ₂	2
	CH ₃	C ₂ H ₅	(CH ₂) ₃ CN	CH ₂ CH=CH ₂	2
	CH ₃	nC ₄ H ₉	(CH ₂) ₂ CN	CH ₂ CH=CH ₂	2
	CH ₃	C ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ CN	C ₂ H ₅	2
45					
50					
55					

	X	Y	R ¹	R ²	Farbton auf Polyester
5	CH ₃	nC ₃ H ₇	(CH ₂) ₂ CN	C ₂ H ₅	2
	C ₂ H ₅	nC ₃ H ₇	(CH ₂) ₂ CN	CH ₂ CH=)CH ₂	2
	CH ₃	iC ₃ H ₇	(CH ₂) ₂ CN	nC ₃ H ₇	2
10	Cl	C ₂ H ₅	(CH ₂) ₃ CN	C ₂ H ₅	3
	Cl	nC ₃ H ₇	(CH ₂) ₂ CN	nC ₄ H ₉	3
	Cl	C ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ CN	CH ₂ CH=CH ₂	3
	Br	CH ₃	(CH ₂) ₃ CN	nC ₄ H ₉	3
15	Br	nC ₃ H ₉	(CH ₂) ₂ CN	C ₂ H ₅	3
	Br	iC ₃ H ₇	(CH ₂) ₂ CN	iC ₃ H ₇	3
	Br	C ₂ H ₅	(CH ₂) ₃ CN	CH ₂ CH=CH ₂	3
20	OCH ₃	C ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ CN	nC ₄ H ₉	2
	F	nC ₃ H ₇	(CH ₂) ₃ CN	C ₂ H ₅	2

25 Patentansprüche

1. Verfahren zum HT-Färben von Polyester oder polyesterhaltigen Textilmaterialien bei pH 8 bis pH 11, dadurch gekennzeichnet, daß man einen oder mehrere Monoazofarbstoffe der allgemeinen Formel I



35

einsetzt,

in der

40 X Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen, Cyclopentyl, Cyclohexyl, Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen, Wasserstoff, Fluor, Chlor, Brom oder Trifluormethyl

Y Wasserstoff, Methyl, Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen, Chlor oder Alkylcarbonylamino mit 1 bis 5 C-Atomen in der ggf. durch Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen substituierten Alkylgruppe,

R¹ Wasserstoff, lineares oder primäres verzweigtes Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen, Allyl, Cyanoethyl oder 3-Cyanopropyl,

45 R² lineares oder primäres verzweigtes Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen, Allyl, Cyclopentyl, Cyclohexyl oder sekundäres Alkyl mit 3 bis 6 C-Atomen bedeuten.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man einen oder mehrere Monoazofarbstoffe der allgemeinen Formel I einsetzt, in der

50 X Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen, Cyclopentyl, Cyclohexyl, Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen, Wasserstoff, Fluor, Chlor, Brom oder Trifluormethyl

Y Wasserstoff, Methyl, Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen oder Chlor

R¹ lineares oder verzweigtes primäres Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen, Allyl, Cyanethyl oder 3-Cyanopropyl

55 R² lineares oder verzweigtes primäres Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen oder Allyl, bedeuten.

3. Verfahren gemäß Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß

X Ethyl, Methoxy, Ethoxy und insbesondere Methyl, Chlor oder Brom

Y Wasserstoff, Methyl oder Methoxy,

R¹ und R² unabhängig voneinander lineares Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen, wobei die Summe der C-Atomen in R¹ und R² mindestens 3 ist und insbesondere lineares Alkyl mit 2 bis 4 C-Atomen oder Allyl, bedeuten.

5

4. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man einen oder mehrere Monoazofarbstoffe der allgemeinen Formel I einsetzt, in der

X Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen, Cyclopentyl, Cyclohexyl, Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen, Wasserstoff, Fluor, Chlor, Brom oder Trifluormethyl

10

Y Alkylcarbonylamino mit 1 bis 5 C-Atomen in der ggf. durch Alkoxy mit 1 bis 4 C-Atomen substituierter Alkylgruppe

R¹ Wasserstoff und

R² sekundäres Alkyl mit 3 bis 6 C-Atomen, Cyclopentyl oder Cyclohexyl oder

R¹ Cyanethyl, 3-Cyanopropyl und

15

R² lineares oder verzweigtes primäres Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen oder Allyl bedeuten.

5. Verfahren gemäß Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, da X Ethyl, Methoxy, Ethoxy und insbesondere Methyl, Chlor oder Brom,

20

Y Alkylcarbonylamino mit 1 bis 5 C-Atomen und insbesondere 2 bis 4 C-Atomen in der Alkylgruppe

R¹ Wasserstoff und

R² sekundäres Alkyl mit 3 bis 6 und insbesondere 4 bis 5 C-Atomen.

6. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man die Färbung bei pH 9 bis pH 10 durchführt.

25

7. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Färbung in Gegenwart einer oder mehrerer Puffersubstanzen durchgeführt wird, die in dem jeweils verwendeten pH-Bereich puffern.

30

35

40

45

50

55



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 92 10 2379

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.5)
X	GB-A-2 226 051 (MITSUBISHI KASEI CORP.) * das ganze Dokument *	1-7	D06P3/54 D06P3/82 C09B29/08
D	& DE-A-3 938 631 ---		
D, X	DE-A-3 405 021 (CASSELLA AG) * das ganze Dokument *	1-7	
D, X	DE-A-3 404 130 (CASSELLA AG) * das ganze Dokument *	1-7	
D, X	DE-A-3 831 356 (CASSELLA AG) * das ganze Dokument *	1-7	
D, X	DE-A-2 935 011 (ICI) * das ganze Dokument *	1-7	
D, X	DE-A-2 937 329 (BAYER) * das ganze Dokument *	1-7	

			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.5)
			D06P C09B
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 26 MAI 1992	Prüfer J-F DELZANT
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE			
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	